

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

N

PAT-NO: JP359227992A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 59227992 A

TITLE: LUBRICANT FOR PLASTIC WORKING

PUBN-DATE: December 21, 1984

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

OKIMOTO, KUNIO

SATO, TOMIO

YAMAKAWA, TOSHIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL N/A

APPL-NO: JP58103352

APPL-DATE: June 8, 1983

INT-CL (IPC): C10M007/28, C10M007/30 , C10M007/48

US-CL-CURRENT: 508/542

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a lubricant for plastic working composed of a specified heat-resistant resin, a lubricant, an adhesion agent to workpiece and tool, and a solvent and exhibiting excellent lubricating properties and heat resistance.

CONSTITUTION: The lubricant is prep'd. by blending (A) heat resistat resin comprising polyimide, (B) Teflon in powder as lubricant, (C) methylphenylsilicone resin as adhesion agent to workpiece and tool and (D) N-methylpyrrolidone soln. as solvent in an A:B:C:D blend ratio of 1:0.25∼2.0:1:5 by weight.

EFFECT: The lubricant is suitable for plastic working, such as forging or deep drawing, and powder molding at 250∼350°C.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑰ 特許出願公開

⑲ 公開特許公報 (A)

昭59—227992

⑳ Int. Cl.³

C 10 M 7/28

7/30

7/48

識別記号

府内整理番号

7824—4H

7824—4H

7824—4H

㉑ 公開 昭和59年(1984)12月21日

発明の数 1

審査請求 有

(全 5 頁)

㉒ 塑性加工用潤滑剤

㉓ 特 願 昭58—103352

㉔ 発明者 山川俊夫

㉕ 出 願 昭58(1983)6月8日

鳥栖市宿町字野々下807番地1
九州工業技術試験所内

㉖ 発明者 沖本邦郎

鳥栖市宿町字野々下807番地1

㉗ 出願人 工業技術院長

九州工業技術試験所内

㉘ 指定代理人 九州工業技術試験所長

㉙ 発明者 佐藤富雄

明細書

1. 発明の名称 塑性加工用潤滑剤

2. 特許請求の範囲

1 耐熱性樹脂であるポリイミド (Pで表示),
減摩剤としてテフロン粉末 (Tで表示), 被加工
材料と工具に対する付着剤としてメチルフェニ
ルシリコーン樹脂 (Mで表示), およびこれらの
溶剤としてNメチル-2ピロリドン溶液 (Nで
表示) を、質量配合比で

P : T : M : N = 1 : (0.25 ~ 2.0) : 1 : 5

で配合した塑性加工用潤滑剤。

3. 発明の詳細な説明

通常、金属の塑性加工において被加工材料を再結晶温度以上に加熱して加工する場合は熱間加工と呼ばれており、再結晶温度以下に加熱した場合は温間加工、室温の下で加工する場合は冷間加工と呼ばれている。金属材料の再結晶温度は材料によつて異なり、鉄鋼材料では600~700℃, 鋼では約300℃, アルミニウムでは約200℃

である。金属材料の中で最も需要の多い鉄鋼材料の場合、熱間加工の際の加熱温度は1100~1250℃であり、温間加工の際の加熱温度は、例えばステンレス鋼では400℃付近で析出による延性低下があるために250~350℃あるいは500~700℃が選ばれる。

本発明は、250~350℃で鍛造・深絞り加工などの塑性加工や粉末成形を行なう際の潤滑剤に関するものである。したがって、250~350℃の温度範囲で加工するものであれば鉄鋼材料に限らず、それ以外の一般構造材料であつても一向に差しつかえなく、またZn-22Al超塑性材(この材料は250℃前後で超塑性現象を発現する)のような機能材料であつても差しつかえない。また、この温度範囲が被加工材料に対して熱間加工に相当しようが、それとも温間加工に相当しようが、それはどちらでもかまわない。

ところで、上でも述べたようにステンレス鋼の温間鍛造やステンレス鋼板の温間絞りにおいては、250~350℃に加熱してから加工される。しかし、

この温度範囲における潤滑剤として適当なもののがなく、潤滑剤の開発が待たれている現状である。すなわち、鋼の冷間鍛造においてはリン酸塩皮膜と金属石けん（ステアリン酸亜鉛）を組み合わせた潤滑剤があり、ポンデライト・ポンダリューベなどとしてよく知られている。しかし、この場合、金属石けんが約200℃で分解するので、ポンデライト・ポンダリューベを250～350℃で使用することは一般に不可能である。その上、ポンデライト・ポンダリューベの場合、リン酸塩皮膜を被加工材料の表面に強く付着させるための工程がはん難であり、また公害防止の面から排液の処理に留意しなければならないので、もっと簡便に使用することのできる潤滑剤が期待されている。ポンデライト・ポンダリューベ以外にも冷間塑性加工用潤滑剤として動植物油、鉱物油、合成油などがあり、これらは圧延加工、引抜き加工、深絞り加工などに使用されている。しかし、これらの潤滑剤の使用温度は200℃が限度であり、極圧添加剤であるリン、塩素、硫黄などを添加混合して使用し

た場合においても、使用温度は250℃以下に限定される。一方、熱間鍛造用潤滑剤としては、黒鉛系の潤滑剤やガラス潤滑剤がよく知られているが、これらは500℃程度以上で使用するのが適当であり、250～350℃では潤滑性能はあまり期待できない。

潤滑剤のこのような状況に鑑み、本発明者らは250～350℃での塑性加工用潤滑剤を開発するために鋭意研究を重ねた結果、耐熱性樹脂粉末をベースとして、これにテフロン粉末を添加混合することにより、耐熱性と潤滑性を兼ね備えた新しい潤滑剤を開発するに至った。

すなわち、耐熱性樹脂としてポリイミド、ポリアミドイミドが知られており、特にポリイミドの耐熱性は350℃程度に達し、ポリカーボネート、ナイロン、ポリスチレン、エポキシ樹脂などの従来からのプラスティックスの耐熱温度が200℃以下に過ぎないのに対して格段に優れている。本発明は、ポリイミドの耐熱性を250～350℃での塑性加工用潤滑剤に応用するものであり、粉末状の

ものを使用する。ただし、ポリイミドの摺動性は必ずしも良好とは言えないのに、摺動性を向上させるためにフッ素樹脂系であるテフロン粉末を添加混合する。ここで、テフロンは冷間における摩擦係数の小さい物質としてよく知られているものであるが、非常に高価であり、またその耐熱性は260℃が限度である。そこで、耐熱性樹脂ポリイミドを主体としてこれにテフロン粉末を添加混合することにより、テフロンの耐熱性の向上を図ると共に、テフロンの使用量を少なくすることによって経済的にも有利な潤滑剤を開発するものである。また、これらの混合物の被加工材料や金型への付着力・粘着力を増大させるためとテフロンの使用量を減らすために、ワニス状のメチルフェニルシリコーン樹脂を添加混合する。なお、ポリイミド樹脂粉末、テフロン粉末とメチルフェニルシリコーン樹脂の混合物の溶剤として、Nメチル-2ピロリドン溶液を用いる。ポリイミド粉末（Pで表す）、テフロン粉末（T）、メチルフェニルシリコーン樹脂（M）、Nメチル-2ピロリドン

溶液（N）の重量配分比を、

$$P : T : M : N = 1 : (0.25 \sim 2.0) : 1 : 5 \quad \text{式(I)}$$

として、これらを混合攪拌する。これを潤滑剤として用いて被加工材料である試験片と工具に塗布する。次に、230℃で30分間の加熱を行なうことにより潤滑剤を乾燥させる。そして、添付図面の第1図に示すようなリング圧縮試験法によって250～350℃での摩擦係数μを求めたところ、式(I)においてテフロン粉末（T）の添加量が0.25～2.0での摩擦係数は $\mu = 0.03 \sim 0.05$ であり、潤滑性能が極めて良好であつた。この場合、所定温度における潤滑剤の加熱時間は15分間を標準としたが、この加熱時間は短かい方が望ましい。

テフロン粉末（T）の添加量が式(I)に示した0.25～2.0よりも少ないと、テフロンの潤滑効果が十分に發揮されず潤滑効果が劣る。その一方、添加量がこれよりも多くなると、テフロンは高価であるために相対的にコストの高いものとなり、またTが0.25～2.0で摩擦係数はほぼ一定となるので、この添加量で十分である。このように、テフロン

粉末の添加量は、式(1)のように 0.25～2.0 が適当である。なお、耐熱性樹脂ポリイミドは粉末状のものを用いたが、粉末状でなくてワニス状のものであっても差しつかえないことは勿論である。

次に、実施例と比較例により本発明を更に詳細に説明する。

実施例 1

ポリイミド粉末(P)、テフロン粉末(T)、メチルフェニルシリコーン樹脂(M)、N-メチル-2ピロリドン溶液(N)の重量配合比を、

$$P : T : M : N = 1 : X : 1 : 5 \quad \text{式(2)}$$

とした場合、テフロン粉末の添加量Xが摩擦係数μに及ぼす影響をX=0, 0.25, 0.50, 1.0, 2.0の場合について実験し、その結果を第2図に示す。このようにテフロンの添加量Xを0.25～2.0とすることにより、摩擦係数μはX=0の場合に比べて相当低下し、潤滑剤としての性能を発揮する。なお、試験条件は下記の通りである。

[試験条件]

試験方法：リング圧縮試験

試験温度：試験片と工具を300℃で約15分間加熱してからクランク・プレスで鍛造（加工速度約6.5m/min）。

試験片（被加工材料）材質：Zn-22Al超塑性材。試験片は潤滑剤を塗布する前に1000番のエメリーペーパーで研磨した後、アセトンで脱脂する。

試験片の寸法：内径×外径×高さ=2r_i×2r_o
×H₀=12.51^φ×25.07^φ×6.24=2:4:1

潤滑剤の塗布方法：試験片と工具の両方に塗布した後、230℃で30分間乾燥する。

工具：材質はSKD61であり、試験片と接する面の表面粗さは0.3μm。工具の表面に潤滑剤を塗布する前に、1000番のエメリーペーパーで研磨した後、アセトンで脱脂する。

実施例 2

実施例1の300℃での実験により、式(2)におけるテフロンの添加量Xは0.25～2.0が適当であることが判明した。そこで、Xの添加量がこの範囲、すなわちX=0.25, 0.50, 1.0, 2.0の場合に關し

リング圧縮試験とは、添付図面の第1図(a)において3で示す平らな工具（耐圧盤）の間でリング状の試験片1を加圧して塑性変形させ、試験片の内径と外径の拡がり具合（第1図(b)を参照、実線で示したもののが試験前の状態、破線で示したもののが試験後の変形状態）から被加工材料である試験片と工具間（第1図(a)において2で示す面）の摩擦係数μを求める方法である。同一の圧縮率($\Delta H/H_0 = (H_0 - H)/H_0$)に対して潤滑状態が良好な場合、すなわち摩擦係数の小さい場合ほど内径が大きくなる。この内径の変化率 R_i/r_i (R_i :変形後の内半径、 r_i :初期内半径)と圧縮率 $\Delta H/H_0$ との関係は、久能木の式（科学研究所報告、第30巻、第2号、昭和29年3月）を用いることにより、摩擦係数μをパラメータとして計算から求まる。そこで、実験によって R_i/r_i と $\Delta H/H_0$ を測定すれば、その場合における潤滑剤の摩擦係数μを知ることができる。

て、試験温度が300℃以外の場合について実験し、その結果を300℃の結果も含めて第1表に示す。第1表において試験温度が250～350℃の範囲では、摩擦係数μは0.03～0.05であり潤滑性能が極めて良好である。ただし、本発明の潤滑剤の常温（試験温度20℃）における摩擦係数μは0.09～0.12であるので、常温塑性加工用潤滑剤としては適切でない。しかし、200℃の状態における摩擦係数μは0.055程度であるので、250～350℃の温度範囲に限定せず、200～350℃の温度範囲においても十分に潤滑性能を発揮する。

[試験条件]

実施例1の場合と試験温度が異なる外は、全て同一条件である。

第1表

	リング圧縮試験から求めた摩擦係数μ			
	テフロンの添加量 $X=0.25$	テフロンの添加量 $X=0.50$	テフロンの添加量 $X=1.0$	テフロンの添加量 $X=2.0$
試験温度 20°C	$\mu=0.122$	$\mu=0.094$	$\mu=0.093$	$\mu=0.088$
試験温度 200°C	—	$\mu=0.056$	$\mu=0.053$	—
試験温度 250°C	$\mu=0.032$	$\mu=0.033$	$\mu=0.030$	$\mu=0.029$
試験温度 300°C	$\mu=0.045$	$\mu=0.049$	$\mu=0.041$	$\mu=0.033$
試験温度 350°C	$\mu=0.054$	$\mu=0.051$	$\mu=0.040$	$\mu=0.029$

比較例

重量配合比を表わす式(2)において、テフロン粉末をまったく添加混合せず($X=0$)、メチルフェニルシリコーン樹脂(M)をNメチル-2ピロリドンで溶かしただけの場合($M:N=1:5$)、およびメチルフェニルシリコーン樹脂(M)にポリイミド粉末(P)を添加し、これをNメチル-2ピロリドンで溶かしただけの場合($P:M:N=1:1:5$)について、20°C、250°C、300°C、350°Cでのりング圧縮試験を行なうことにより摩擦係数μを求

めた。その結果を第2表に示す。250~350°Cの温度範囲における上記のものの摩擦係数は $\mu=0.06\sim0.09$ であり、本発明の第2図と第1表に示したテフロンの添加量Xが0.25~2.0の場合の $\mu=0.03\sim0.05$ に比べてかなり大きくなっている。一方、第2表において市販のテフロン・スプレー(ケミプラス社製)とフッ素樹脂系スプレー(日本アチソン社製)の2種類に関する結果も合わせて示す。この2種類の潤滑剤の室温から250°Cまでの温度範囲における摩擦係数μは、第2図と第1表に示した本発明の場合に比べて一般に小さく、冷間加工用潤滑剤として性能が極めて良好であることが分かる。しかし、試験温度が300°C以上になると摩擦係数($\mu=0.04\sim0.13$)が急激に増大して潤滑効果をほとんど発揮しなくなり、本発明の潤滑剤に比べて性能が極端に劣る。このように、250~350°Cでの潤滑性と耐熱性を持たせるために、ポリイミドをベースとしてテフロンを使用する本発明の有効性が明らかである。

〔試験条件〕

実施例2と同じである。

第2表

	リング圧縮試験から求めた摩擦係数μ			
	式(2)において $M:N=1:5$	式(2)において $P:M:N=1:1:5$	テフロン・スプレー	フッ素樹脂系スプレー
試験温度 20°C	$\mu=0.350$	$\mu=0.293$	$\mu=0.038$	$\mu=0.053$
試験温度 250°C	$\mu=0.074$	$\mu=0.085$	$\mu=0.027$	$\mu=0.015$
試験温度 300°C	$\mu=0.075$	$\mu=0.077$	$\mu=0.040$	$\mu=0.068$
試験温度 350°C	$\mu=0.056$	$\mu=0.064$	$\mu=0.130$	$\mu=0.125$

4. 圖面の簡単な説明

第1図の(a)はリング圧縮試験の方法を示すものであり、(a)の図中で1はリング圧縮試験片、2は試験片と工具(耐圧盤)とが接する潤滑剤を塗布する面、3は工具(耐圧盤)、4は加圧するためのプレス・スライドをそれぞれ示す。一方、第1図の(b)はリング圧縮試験片の変形の前後における形状変化を示すものであり、実線は変形前の状態、破線は変形後の状態である。第2図は摩擦係数に

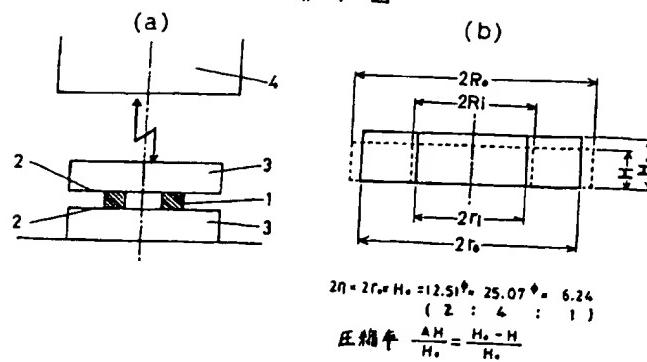
及ぼすテフロンの添加量X(式(2)参照)の影響を示す。

特許出願人 工業技術院長 川田裕郎

指定代理人 九州工業技術試験所長 林 滉



第1図



第2図

